

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-095433

(43)Date of publication of application : 06.04.1990

(51)Int.Cl.

B01J 13/00

B01F 3/08

(21)Application number : 63-244988

(71)Applicant : MIYAZAKI PREF GOV

(22)Date of filing : 29.09.1988

(72)Inventor : NAKAJIMA TADAO  
SHIMIZU MASATAKA

## (54) PRODUCTION OF EMULSION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To make the particle size of an emulsion uniform and to enable arbitrary control by pressurizing and injecting a liq. for a dispersed phase into a liq. for a continuous phase through a microporous membrane having uniform pore diameter.

CONSTITUTION: A liq. for a dispersed phase is pressurized and injected into a liq. for a continuous phase through a microporous membrane having uniform pore diameter. The particle size of the resulting emulsion corresponds to the pore diameter of the microporous membrane and the particle size distribution also corresponds to the pore diameter distribution. An emulsion having uniform particle size is produced under arbitrary control by simple operation with a simple apparatus and various materials can be emulsified while remarkably improving the physical characteristics.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許出願公告番号

特公平8-2416

(24) (44) 公告日 平成 8 年(1996) 1 月 17 日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 F 3/08	A			
5/00	A			

請求項の数 4 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願昭63-244988	(71) 出願人	999999999 宮崎県 宮崎県宮崎市橋通東 2 丁目 10 番 1 号
(22) 出願日	昭和63年(1988) 9 月 29 日	(72) 発明者	中島 忠夫 宮崎県宮崎市大字塩路501
(65) 公開番号	特開平2-95433	(72) 発明者	清水 正高 宮崎県宮崎市大字島之内11074
(43) 公開日	平成 2 年(1990) 4 月 6 日	(74) 代理人	弁理士 三枝 英二 (外 2 名)
		審査官	井上 雅博
		(56) 参考文献	特開 昭54-116389 (J P, A)

(54) 【発明の名称】 エマルションの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 分散相となるべき液体をマイクロ多孔膜体を通して連続相となるべき液体中に圧入するエマルションの製造方法であって、

(a) 上記圧入における圧力を、

$P_c > 2 \gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。) なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、相対累積細孔分布曲線において、細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に 1 から 1.5 までの範囲内にあるマイクロ多孔膜体を用いることを特徴とするエマルションの製造方法。

【請求項 2】 油相をマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することにより O/W 型エマルションを得た後、これを

マイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することによって O/W/O 型エマルションを製造する方法であって、

(a) 上記各圧入における圧力を、それぞれ

$P_c > 2 \gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。) なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、相対累積細孔分布曲線において、細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に 1 から 1.5 までの範囲内にあるマイクロ多孔膜体を用いることを特徴とする O/W/O 型エマルションの製造方法。

【請求項 3】 水相をマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することにより W/O 型エマルションを得た後、これをマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することによって

W/O/W型エマルションを製造する方法であって、

(a) 上記各圧入における圧力を、それぞれ  
 $P_c > 2\gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。)なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、相対累積細孔分布曲線において、細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に1から1.5までの範囲にあるマイクロ多孔膜体を用いることを特徴とするW/O/W型エマルションの製造方法。

【請求項4】完全に混じり合わない油相I及び油相IIを使用し、油相Iをマイクロ多孔膜体を通して油相II中に圧入することにより非水系エマルションを製造する方法であって、

(a) 上記圧入における圧力を、  
 $P_c > 2\gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。)なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、相対累積細孔分布曲線において、細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に1から1.5までの範囲にあるマイクロ多孔膜体を用いることを特徴とする非水系エマルションの製造方法。

【発明の詳細な説明】

産業上の利用分野

本発明は、エマルションの新規な製造方法に関する。従来技術とその問題点

従来からエマルション製造には、機械的手段が採用されてきた。すなわち、通常、連続相となるべき液体に分散相となるべき液体と界面活性剤などの乳化剤とを添加し、得られる混合液を攪拌機、ホモジナイザー、コロイドミルなどの機械によりかき混ぜるか撹り混ぜることにより、分散相を微細化し、エマルションを調製している。さらに、混合液に超音波を照射することにより、キャビテーションを起こさせ、エマルション化する方法も利用されている。

しかしながら、これらの方法では、調製されたエマルションの分散相粒子（以下これをエマルション粒子とすることがある）の径がかなり不揃いである。従って、設定粒径よりも大きな粒径の粒子が多く含まれていることがあり、分散相と連続相との比重差によっては、短時間内に分散相粒子の浮上分離あるいは沈降分離を生ずることがある。これを予防するためには、エマルション調製時のかき混ぜ、撹り混ぜ、超音波照射などの操作を長時間行なって粒子径のより一層の微細化を図り、エマルションの安定性を高める必要がある。

また、これらの公知のエマルション調製方法においては、用途に応じてエマルション粒子の粒径を自由に变化

させることが難しい。例えば、エマルション粒子の粒径は、懸濁重合によるポリマーの性能に大きく影響するので、その粒径制御を厳密に行うことが極めて重要であるが、現在の技術では、その要求を完全に充足することは極めて困難である。

問題点を解決するための手段

本発明者は、上記従来技術の問題に鑑み、鋭意研究を重ねた結果、一定の均一な細孔径をもつマイクロ多孔膜体を使用する場合には、液体を圧入する際において明確な最少圧力が存在することを見出した。そして、上記多孔膜体を介してエマルション粒子を調製するにあたり、特に上記最少圧力を超える圧力で液体を圧入する場合には、極めて均一なエマルション粒子が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は、下記のエマルション製造方法を提供するものである：

分散相となるべき液体をマイクロ多孔膜体を通して連続相となるべき液体中に圧入するエマルションの製造方法であって、

(a) 上記圧入における圧力を、  
 $P_c > 2\gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。)なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に1から1.5までの範囲内にあるマイクロ多孔膜体を用いることを特徴とするエマルションの製造方法。

油相をマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することによりO/W型エマルションを得た後、これをマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することによってO/W/O型エマルションを製造する方法であって、

(a) 上記各圧入における圧力を、それぞれ  
 $P_c > 2\gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。)なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に1から1.5までの範囲内にあるマイクロ多孔膜体を用いることを特徴とするO/W/O型エマルションの製造方法。

水相をマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することによりW/O型エマルションを得た後、これをマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することによってW/O/W型エマルションを製造する方法であって、

(a) 上記各圧入における圧力を、それぞれ  
 $P_c > 2\gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。)なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、細孔容積が全体の10

%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に1から1.5までの範囲内にあるマイクロ多孔膜体を用いる

ことを特徴とするW/O/W型エマルジョンの製造方法、

完全に混じり合わない油相I及び油相IIを使用し、油相Iをマイクロ多孔膜体を通して油相II中に圧入することにより非水系エマルジョンを製造する方法であって、

(a) 上記圧入における圧力を、 $P_c > 2\gamma \cos \theta / r$  (但し、 $P_c$ は圧力、 $\gamma$ は界面張力、 $\theta$ は接触角、 $r$ は多孔膜体細孔半径を示す。) なる圧力とし、かつ、

(b) 上記マイクロ多孔膜体として、細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径を細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径で除した値が実質的に1から1.5までの範囲内にあるマイクロ多孔膜体を用いる

ことを特徴とする非水系エマルジョンの製造方法、

本発明において最も重要な点は、分散相となるべき液体を連続相となるべき液体中に圧入するために使用する均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体である。すなわち、生成されるエマルジョン粒子の径は、使用するマイクロ多孔膜体の細孔径に対応し、粒子径の分布もマイクロ多孔膜体の細孔径分布に対応する。従って、その他の事項をも加味して、使用するマイクロ多孔膜体は、以下の様な特性を具備すべきである。

(1) 細孔径分布が出来るだけ小さく且つ均一な貫通細孔を備えている。

(2) 所望の細孔径 (通常0.1~10 $\mu$ m程度) に調整することが可能である。

(3) 分散相となるべき液体を連続相となるべき液体中に圧入するに際して、変形乃至破壊しない程度の十分な機械的強度を備えている。

(4) エマルジョンを形成すべき液体に対して化学的耐久性を有している。

(5) 分散相となるべき液体よりも連続相となるべき液体に対する濡れ性がより大きい。この逆の場合には、均一な粒子径を有するエマルジョンは、得られない。従って、必要ならば、表面を化学的に修飾することにより、表面を疎水化若しくは親水化することが出来る。

このような特性を具備するマイクロ多孔膜体としては、無機質および有機質のものが有り、特に限定されるものではないが、例えば、特公昭62-25618号公報に開示されたCaO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系多孔質ガラス、特開昭61-40841号公報 (米国特許第4,657,875号明細書) に開示されたCaO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>O系多孔質ガラスおよびCaO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Na<sub>2</sub>O-MgO系多孔質ガラスなどを膜状体としたものが挙げられる。これらの多孔質ガラスにおいては、細孔径が極めて狭い範囲内にコントロールされており、且つ細孔の縦断面が円筒状となっているのが特徴である。膜体の厚さも、特に限定されるものではないが、強度などを考慮して、0.4~2mm程度とす

ることが好ましい。

本発明では、特に、相対累積細孔分布曲線において「細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径 ( $\phi_{10}$ )」を「細孔容積が全体の90%を占める時の細孔径 ( $\phi_{90}$ )」で除した値  $\varepsilon$  ( $\phi_{10}/\phi_{90}$ ) が、1から1.5の範囲内にあるマイクロ多孔膜体を用いる。

ちなみに、 $\varepsilon = 1$ は細孔にバラツキが全く存在しない理想的な状態 (現実にはない) を意味しており、細孔径が良く揃っているほど  $\varepsilon$  の値は1に近い。上記の多孔質ガラスからなるマイクロ多孔膜体では  $\varepsilon$  の値は1.2以下程度であるのに対し、細孔径が制御されていないアルミナセラミックス体等では  $\varepsilon$  の値は2を上回る。この膜材の相対累積細孔分布曲線は、水銀圧入式ポロシメーターにより測定され、この曲線を積分したものがいわゆる細孔分布曲線である。

本発明においては、マイクロ多孔膜体を通して、分散相となるべき液体を連続相となるべき液体中に圧入させるためには、下記の式 (1) で示される最少圧力  $P_c$  (kPa) を超える圧力を分散相となるべき液体に加える必要がある。

$$P_c = 2\gamma \cos \theta / r \quad (1)$$

但し、 $\gamma$  : 界面張力 (dyn/cm)

$\theta$  : 接触角 (deg)

$r$  : 多孔膜体細孔半径 ( $\mu$ m)

実際に均一な細孔径を有するガラス質マイクロ多孔膜体 (厚さ0.5mm) を使用し、分散相となるべき液体として灯油を使用し、連続相となるべき液体として水を使用し、本発明方法によりエマルジョンを製造する場合には、最少圧力 (kPa) の理論値と実験値とは第1表に示すように良く一致する。

第 1 表

細孔径 ( $\mu$ m)	理論値 (kPa)	実験値 (kPa)
0.52	216	211
0.70	160	152
1.36	83	83
1.45	78	77
2.52	44	44
4.80	24	20

また、上記以外の連続相と分散相との組合わせにおいても、式 (1) がほぼ成立することが確認された。

もし、細孔径の分布が不均一なマイクロ多孔膜体を使用する場合には、明確な最少圧力が存在しないので、生成するエマルジョン粒子の粒径は不均一となり、その結果、粒径のコントロールは不可能となる。

また、分散相となるべき液体の連続相となるべき液体への圧入時の圧力が高い程、エマルジョンの生産性は高められるが、圧力が高くなり過ぎると、エマルジョン粒子径のバラツキが大きくなる。従って、圧入時の圧力は、分散相の種類、連続相の種類、界面活性剤の種類お

および濃度などにより変わり得るが、上記の式(1)で表わされる最少圧力の1.5〜6倍程度の値とすることが好ましい。一般に、膜の細孔径が大きいほど、この数値の幅は小さく、例えば、細孔径が10 $\mu\text{m}$ の場合には、1.1〜1.5倍程度、細孔径が0.1 $\mu\text{m}$ の場合には、1.5〜6倍程度とすることが好ましい。

本発明において、分散相となるべき液体および連続相となるべき液体は、特に限定されず、従来からエマルションの製造に使用されてきた全ての組合せが採用される。

マイクロ多孔膜体の表面を疎水化若しくは親水化するためには、シリル化剤により膜体の表面に疎水性の炭化水素基を導入したり、或いはシランカップリング剤を使用して、膜体の表面を親水性の官能基で修飾したりすれば良い。

以下図面を参照しつつ、本発明を更に詳細に説明する。

第1図は、本発明方法により、エマルションが形成される機構を概念的に示したものである。当初は、均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体(1)を挟んで、分散相となるべき液体(3)と連続相となるべき液体(5)が存在しており、液体(5)は、多孔膜体(1)の面に平行に流れている。

この状態では、マイクロ多孔膜体(1)の膜面および細孔は、液体(5)により優先的に濡れているが、液体(3)にかかる圧力が上記の最少値を超えると、液体(3)は、細孔から液体(5)を追い出し、さらに液体(5)内に流入して、エマルション粒子(7)を形成する。この粒子(7)の粒径は、液体(3)の界面張力のために、マイクロ多孔膜体(1)の細孔径に対応する大きさとなる。すなわち、液体(5)および液体(3)の種類、液体(3)にかかる圧力などにより異なるが、粒子(7)の粒径は、マイクロ多孔膜体(1)の細孔径の2.5〜4倍程度となる。第2図は、本発明方法によりエマルションを連続的に製造する方法を概略的に示す。連続相となるべき液体(5)は、右方から左方に連続的に流れている。分散相となるべき液体(3)は、円筒型のマイクロ多孔膜体(1)の円筒周壁部を通して圧入され、エマルション粒子(7)を順次形成し、得られた所望のエマルションが左方から系外に連続的に取り出される。

第3図は、本発明方法を実施するための装置の一例を示す。

先ず、O/W型エマルションを製造する場合には、油相よりも水相に濡れやすい円筒型のマイクロ多孔膜体(14)をモジュール(15)に装着しておく。油相は、タンク(11)からポンプ(17)および圧力計(19)を備えたライン(21)、モジュール(15)内の円筒型のマイクロ多孔膜体(14)の外側およびライン(23)を経て、循環されている。一方、水相は、タンク(13)からポンプ(25)および圧力計(27)を備えたライン(29)、モジュール

(15)内の円筒型のマイクロ多孔膜体(14)の内側、および圧力計(31)および流量計(33)を備えたライン(35)を経て、循環されている。この状態で、前記で定義した最少圧力を若干上回る圧力を油相に加え、マイクロ多孔膜体(14)を通過させて、水相内に圧入させると、油相粒子(エマルション粒子)が水相中に分散したエマルションが形成され始め、タンク(13)に入る。当初のエマルションの濃度は低いが、これは、水相とともに上記の循環経路を繰り返し循環する間に、次第に濃度を高め、やがては所望の濃度に到達する。

W/O型エマルションを製造する場合には、第3図に示す装置において、水相よりも油相に濡れやすい円筒型のマイクロ多孔膜体(14)をモジュール(15)に装着するとともに、タンク(11)内に水相を収容し、タンク(13)内に油相を収容して、上記と同様の操作を行えば良い。

非水系エマルションを製造する場合には、第3図に示す装置において、分散相となるべき油相よりも連続相となるべき油相に優先的に濡れる円筒型のマイクロ多孔膜体(14)をモジュール(15)に装着するとともに、タンク(11)内に分散相となるべき油相を収容し、タンク(13)内に連続相となるべき油相を収容して、上記と同様の操作を行えば良い。

本発明によれば、多相系エマルションの製造も容易に行ない得る。例えば、W/O/W型エマルションを製造する場合には、先ず、水相よりも油相に濡れやすいマイクロ多孔膜体を使用し、上述の方法により油相中に水相を圧入して、W/O型エマルションを調製した後、水相により濡れやすいマイクロ多孔膜体を通過させて水相中に圧入し、所望のW/O/W型エマルションを得ることが出来る。

或いは、O/W/O型エマルションを製造する場合には、先ず、油相よりも水相に濡れやすいマイクロ多孔膜体を使用し、上述の方法により水相中に油相を圧入して、O/W型エマルションを調製した後、油相により濡れやすいマイクロ多孔膜体を通過させて油相中に圧入し、所望のO/W/O型エマルションを得ることが出来る。

第4図に概要を示す様に、複層円筒型のマイクロ多孔膜体を使用することにより、多相系エマルションの製造を容易に行なうことが出来る。例えば、外側の多孔膜体(37)が、油相よりも水相に濡れやすい性質のものであり、内側の多孔膜体(39)が、水相よりも油相に濡れやすい性質のものであるとすれば、先ず外側の空間部(41)においてO/W型エマルションが調製され、次いで内側の空間部(43)においてO/W/O型エマルションが調製される。この場合、使用する2種類の多孔膜体の細孔径を適宜選択することにより、内部の油滴粒子の大きさおよび数、水滴粒子の大きさなどを自由に変化させることが出来る。

逆に外側の多孔膜体(37)が、水相よりも油相に濡れやすい性質のものであり、内側の多孔膜体(39)が、油

相よりも水相に濡れやすい性質のものである場合には、W/O/W型エマルジョンを調製することが出来る。

或いは、さらに複雑な系の多相系エマルジョンも、同様の手順により、製造可能である。

#### 発明の効果

本発明によれば、下記の如き顕著な効果が達成される。

(イ) エマルジョン粒子の径を均一とし、且つ任意に制御することが出来る。

(ロ) 得られた均一粒径の粒子を含むエマルジョンは、これを利用する各種材料の物性を著しく改善する。

(ハ) 簡単な装置を使用して、簡単な操作でエマルジョンを調製することが出来るので、経済性に優れている。

(ニ) したがって、本発明は、エマルジョンを利用する各種の技術分野、例えば、乳化系食品の製造、乳化系農薬の製造、乳化系医薬の製造、液液抽出、懸濁重合法によるラテックスの製造などにとって、極めて有用である。

#### 実施例

以下に実施例を示し、本発明の特徴とするところをより一層明確にする。

##### 実施例 1

##### O/W型エマルジョンの製造

特開昭61-40841号公報の実施例1に記載の方法により製造されたガラス質マイクロ多孔膜体（このものは、親水性である）を使用することにより、O/W型エマルジョンを製造した。

先ず、水にドデシル硫酸ナトリウム（SDS）をその臨界ミセル濃度（0.2重量%）に相当する割合で加えて連続相とした後、第3図に示す形式の装置を使用して、分散相としての灯油を圧入した。この時の圧力は、前記の式（1）で表される最少圧力の3倍程度とし、連続相の流動速度を1.9m/秒とした。

遠心沈降式粒度分布装置により測定した各エマルジョンの粒子径分布を第5図に示す。第5図中“0”とあるのは、使用したガラス質マイクロ多孔膜体の細孔径を示す。第5図は、得られたエマルジョン中の粒子径が極めて均一であることを示している。

また、第6図に細孔径0.70 $\mu$ mのガラス質マイクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルジョンの光学顕微鏡写真（スケールは、20 $\mu$ m）を示し、第7図に細孔径1.36 $\mu$ mのガラス質マイクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルジョンの顕微鏡写真（スケールは、20 $\mu$ m）を示す。これらの図面も、本発明方法により得られたエマルジョン中の粒子径が極めて均一であることを示している。

さらに、細孔径の種々異なるガラス質マイクロ多孔膜体を使用し、上記と同様の条件でO/W型エマルジョンを製造した後、それぞれの粒子径を測定した。第8図に示す結果から、ガラス質マイクロ多孔膜体の平均細孔径とエマ

ルジョンの平均粒子径との間に直線関係が成立することが明らかである。

##### 実施例 2

##### W/O型エマルジョンの製造

細孔径0.70 $\mu$ mの円筒型ガラス質マイクロ多孔膜体を良く乾燥した後、110℃のトルエン中でオクタデシルトリクロロシランにより8時間処理し、さらに室温でトリメチルクロロシランで2時間処理して、疎水性とした。かくして処理されたガラス質マイクロ多孔膜体を第3図に示す形式の装置に装着して、灯油を連続性とし、水を分散相として実施例1と同様の操作により、W/O型エマルジョンを製造した。なお、エマルジョンを安定化させるために、灯油には、灯油容量の1%の割合でソルビタン脂肪酸エステル系界面活性剤を加え、水には、水重量の5%の割合で食塩を加えておいた。

第9図に得られたW/O型エマルジョンの光学顕微鏡写真を示す。図中のスケールは、20 $\mu$ mである。この図面も、本発明方法により得られたエマルジョン中の粒子径がほぼ均一であることを示している。

##### 実施例 3

##### W/O/W型エマルジョンの製造

実施例2と同様にして得たW/O型エマルジョンを細孔径5.22 $\mu$ mの親水性の円筒型ガラス質マイクロ多孔膜体を通して純水中に圧入し、W/O/W型エマルジョンを得た。

得られたW/O/W型エマルジョンの光学顕微鏡写真を第10図として示す。図面のスケールは、第9図と同じである。

この図面は、本発明方法により得られたW/O/W型エマルジョン中の粒子径がほぼ均一であることを示している。

##### 比較例 1～2

SDSを0.2重量%添加した水と灯油との混合系を常法に従ってホモジナイザーにより30分間処理して、O/W型エマルジョンを得た（比較例1）。

また、比較例1と同様にして得たO/W型エマルジョンを常法に従ってさらに30分間にわたり超音波処理して、O/W型エマルジョンを得た（比較例2）。

第11図（a）に比較例1によるO/W型エマルジョンの粒子径分布を示し、第11図（b）に比較例2によるO/W型エマルジョンの粒子径分布を示す。

さらに、第12図に比較例1で得られたO/W型エマルジョンの光学顕微鏡写真を示す。図面のスケールは、第9図と同じである。

これらの図面から、従来法により得られたエマルジョンでは、粒子径のバラツキが大きく、粒子径の制御が不可能であることが明らかである。

##### 比較例 3

多孔質無機材料として知られる多孔質アルミナ膜体（平均細孔径約1 $\mu$ m）を使用する以外は実施例1と同

様にして、O/Wエマルジョンを製造した。

第11図(c)に本比較例によるO/W型エマルジョンの粒子径分布を示す。

この結果から、多孔質アルミナ膜体を使用する場合には、得られたエマルジョンの粒子径のバラツキが、2～25 $\mu\text{m}$ 程度と極めて大きく、粒子径の制御が不可能であることが明らかである。

これは、多孔質アルミナ膜体の場合には、第13図として示す電子顕微鏡写真(スケールは、10 $\mu\text{m}$ )から明らかな様に、細孔径自体に大きなバラツキがあるからである。

これに対し、本発明で使用するガラス質ミクロ多孔膜体は、一例として第14図に示す様に、細孔径が極めて均一なので、その結果、得られるエマルジョンの粒子径も、均一となるのである。

【図面の簡単な説明】

第1図は、本発明方法により、エマルジョンが形成される機構を概念的に示したものである。

第2図は、本発明方法によりエマルジョンを連続的に製造する方法を概略的に示す。

第3図は、本発明方法を実施するための装置の一例を示す。

第4図は、多相系エマルジョンを製造するために使用される円筒型のミクロ多孔膜体の概要を示す。

第5図は、実施例1で得られた各エマルジョン中の粒子径分布を示すグラフである。

第6図は、細孔径0.70 $\mu\text{m}$ のガラス質ミクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルジョンの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第7図は、細孔径1.36 $\mu\text{m}$ のガラス質ミクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルジョンの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第8図は、ガラス質ミクロ多孔膜体の細孔径とO/W型エマルジョンの粒子径との関係を示すグラフである。

第9図は、実施例2で得られたW/O型エマルジョンの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第10図は、実施例3で得られたW/O型エマルジョンの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第11図(a)は、比較例1によるO/W型エマルジョンの粒子径分布を示す；第11図(b)は、比較例2によるO/W型エマルジョンの粒子径分布を示す；第11図(c)は、比較例3によるO/W型エマルジョンの粒子径分布を示す。

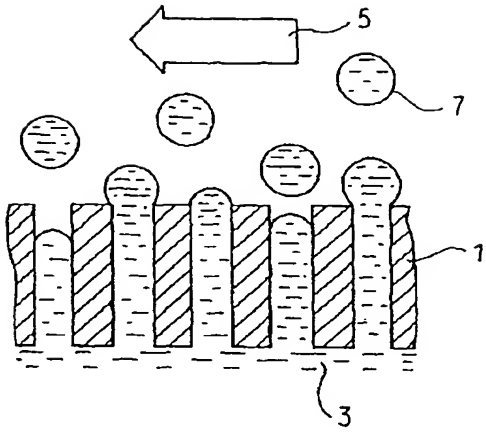
第12図は、比較例1で得られたO/W型エマルジョンの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第13図は、比較例3で使用した多孔質アルミナ膜体の微細構造を示す電子顕微鏡写真である。

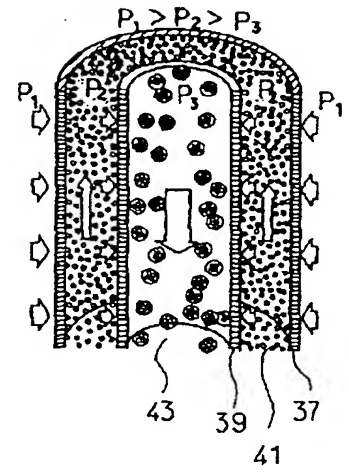
第14図は、本発明で使用するガラス質ミクロ多孔膜体の微細構造を示す電子顕微鏡写真である。

- (1) ……ミクロ多孔膜体
- (3) ……分散相となるべき液体
- (5) ……連続相となるべき液体
- (7) ……エマルジョン粒子
- (11) ……タンク
- (13) ……タンク
- (14) ……円筒型の無機質ミクロ多孔膜体
- (15) ……モジュール
- (17) ……ポンプ
- (19) ……圧力計
- (21) ……油相ライン
- (23) ……油相ライン
- (25) ……ポンプ
- (27) ……圧力計
- (29) ……水相ライン
- (31) ……圧力計
- (33) ……流量計
- (35) ……水相ライン
- (37) ……外側多孔膜体
- (39) ……内側多孔膜体
- (41) ……外側空間部
- (43) ……内側空間部

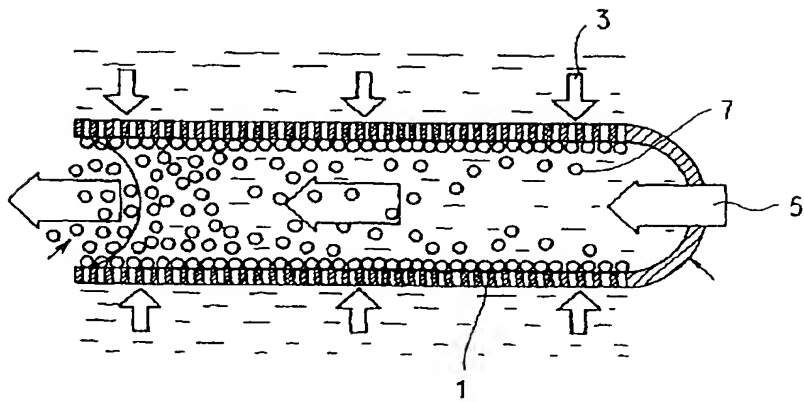
【第 1 図】



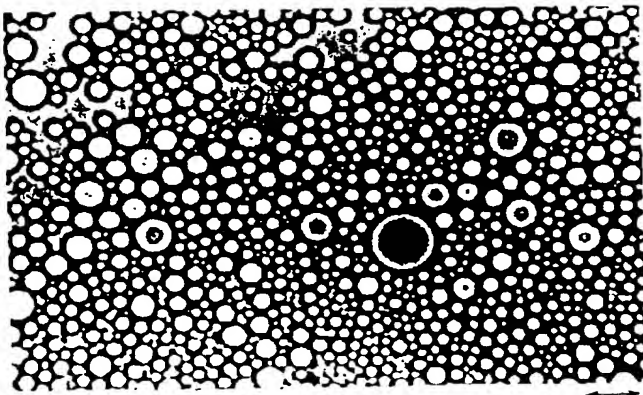
【第 4 図】



【第 2 図】

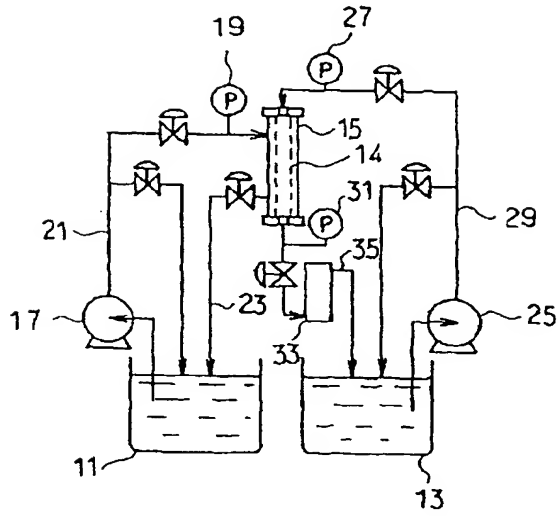


【第 1 2 図】

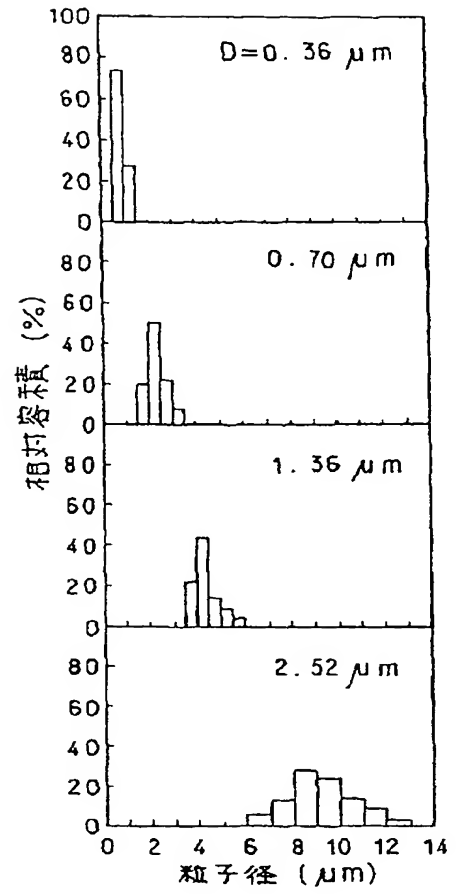




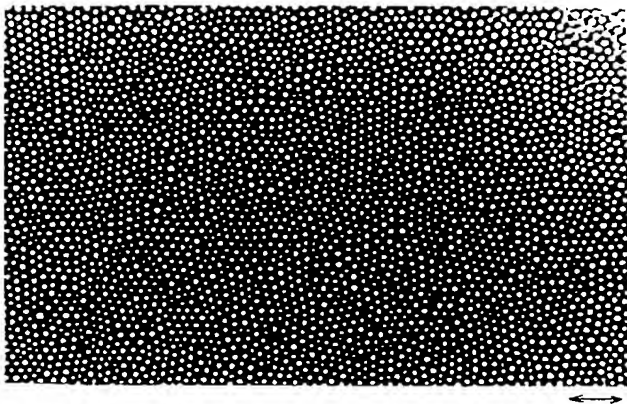
【第3図】



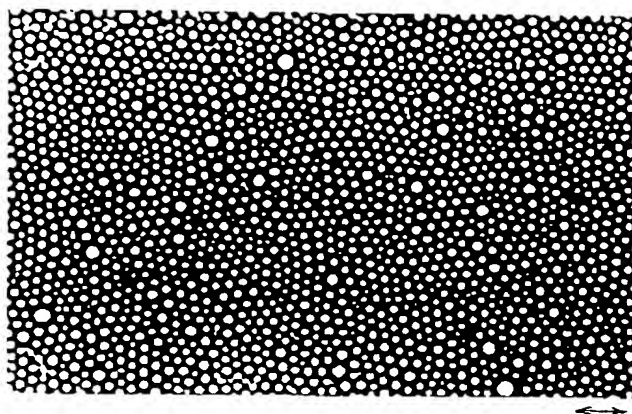
【第5図】



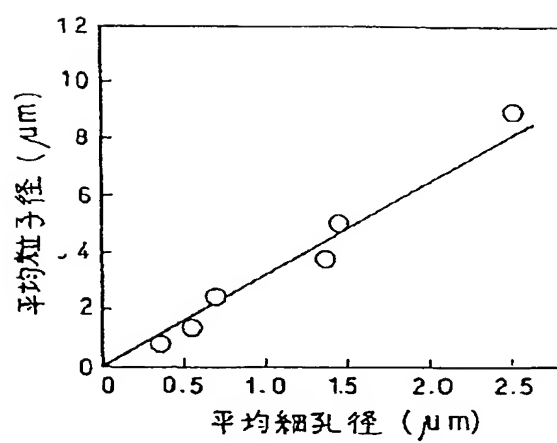
【第6図】



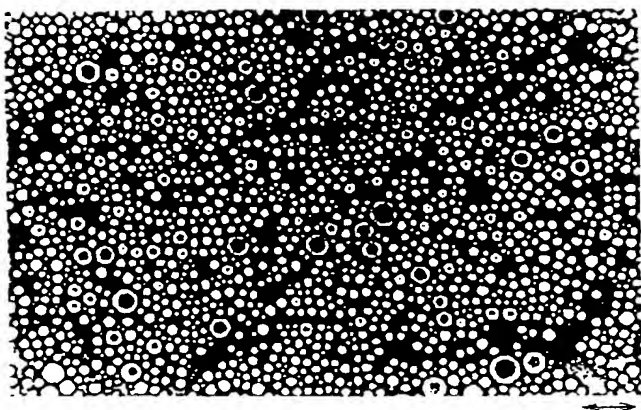
【第7図】



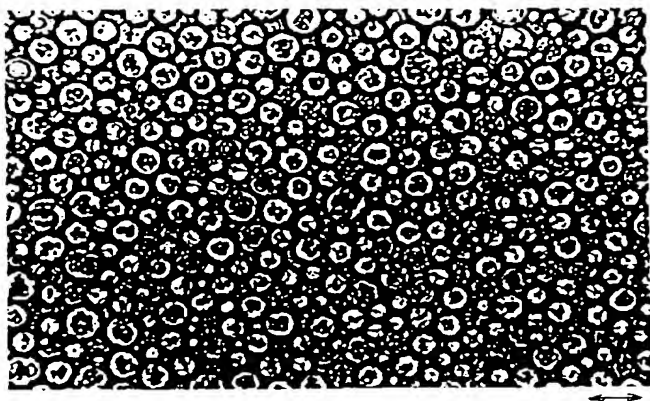
【第8図】



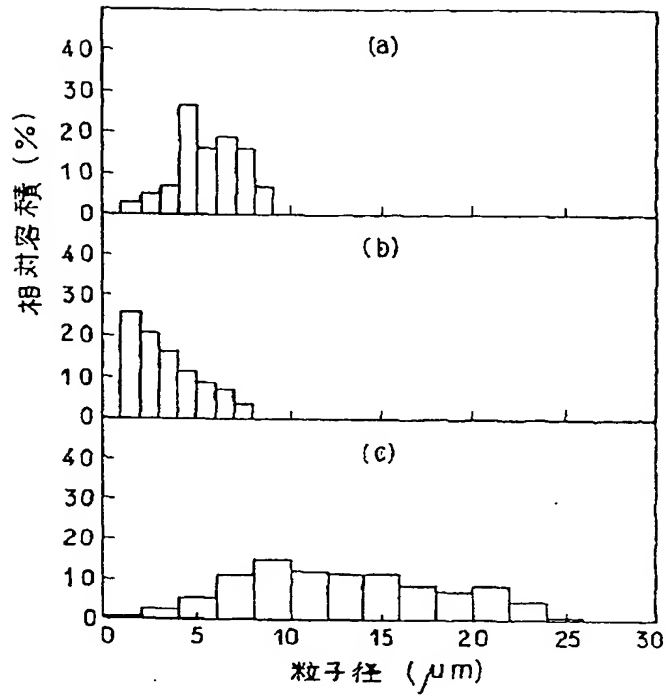
【第 9 図】



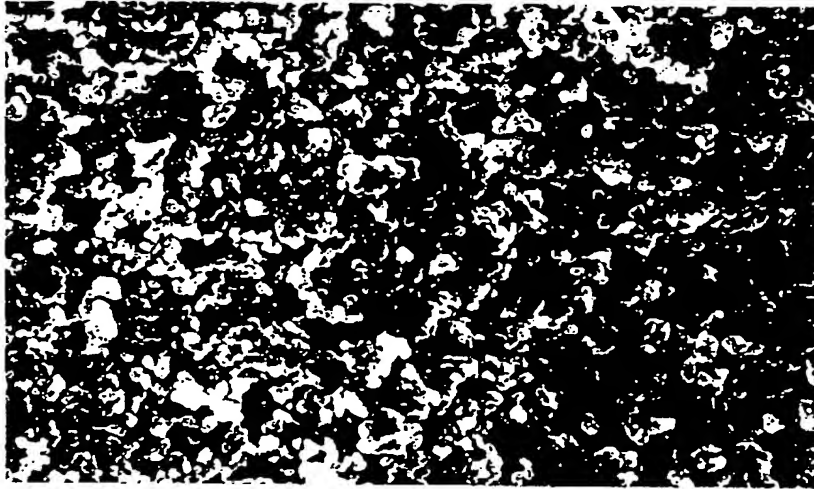
【第 10 図】



〔第 1 1 図〕



〔第 1 3 図〕



【第 1 4 図】

